

**Tekstil dan Produk Tekstil (TPT) –
Cara uji kadar logam terekstraksi**



© BSN 2009

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Cara uji	1
5 Pengendalian mutu.....	.3
Lampiran A (normatif) Pelaporan.....	.5



Prakata

Dalam upaya mendukung persyaratan ecolabel kategori tekstil dan produk tekstil, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter tersebut.

Metode ini digunakan untuk menentukan kadar logam terekstraksi dalam tekstil dan produk tekstil (TPT). Metode ini menggunakan referensi dari metode standar internasional. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode serta dikonsensuskan oleh Sub Panitia Teknis 13-03-S1, *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 13-03, Panitia Teknis *Kualitas Lingkungan dan Manajemen Lingkungan* dengan pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis dan pemerintah terkait pada tanggal 11 Oktober 2006 di Serpong serta telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 24 Juli – 24 September 2007.



Tekstil dan Produk Tekstil (TPT) – Cara uji kadar logam terekstraksi

1 Ruang Lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan kadar logam kadmium (Cd), krom (Cr) total, kobal (Co), tembaga (Cu), timbal (Pb), nikel (Ni) dalam contoh Tekstil dan Produk Tekstil (TPT) dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) - tungku karbon, logam arsen (As) dengan menggunakan metode hidrida, logam merkuri (Hg) dengan menggunakan metode uap dingin (*cold vapour*) dan krom heksavalen (Cr-VI) dengan metode spektrofotometri.

2 Acuan normatif

ISO 105-E04-1994, *Colour Fastness to Perspiration*.

APHA-AWWA-WEF, *Standard Methods For Examination of Water and Wastewater*, 21st Edition, 2005, Butir 3112 B, 3113 A-B, dan Butir 3114 A-C, 3500-Cr B.

3 Istilah dan definisi

3.1

logam yang terekstraksi

logam-logam yang dapat terekstraksi oleh larutan keringat asam buatan pH 5,5

3.2

Tekstil dan Produk Tekstil (TPT)

benang, kain dan segala produk yang terbuat dari bahan dasar tekstil dengan komposisi sedikitnya 80%

3.3

larutan keringat asam buatan pH 5,5

larutan yang dibuat sebagai pengekstraksi logam dalam contoh TPT

3.4

air bebas mineral

air yang diperoleh dengan proses penyulingan ataupun demineralisasi, sehingga diperoleh air dengan konduktifitas lebih kecil dari 1 $\mu\text{S/cm}$

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Logam dalam Tekstil dan Produk Tekstil (TPT) diekstraksi menggunakan larutan keringat asam buatan pada pH 5,5 kemudian ditetapkan secara spektrofotometri.

4.2 Bahan

a) air bebas mineral;

- b) bahan untuk analisis logam sebagaimana yang terdapat dalam *APHA-AWWA-WEF, Standard Methods For Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 2005, Butir 3112 B, 3113 A-B, dan Butir 3114 A-C, 3500-Cr B*;
- c) larutan keringat asam;
Larutkan 0,5 g L-Histidin monoklorida monohidrat ($C_6H_9O_2N_3.HCl.H_2O$), 5,0 g natrium klorida (NaCl) dan 2,2 g Na-dihidrogen ortofosfat dihidrat ($NaH_2PO_4.2 H_2O$) dalam 1000 mL air bebas mineral. Kemudian tepatkan keasaman larutan sampai pH 5,5 menggunakan larutan NaOH 0,1 M.
- d) Larutan pencuci larutan asam nitrat 5%, HNO_3 5% (v/v);

4.3 Peralatan

- a) gelas piala 250 mL;
- b) labu ukur 50,0 mL;
- c) batang pengaduk;
- d) kaca arloji;
- e) gunting;
- f) timbangan analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- g) penangas air yang dilengkapi dengan pengatur suhu; dan
- h) peralatan untuk analisis logam sebagaimana yang terdapat dalam *APHA-AWWA-WEF, Standard Methods For Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 2005, Butir 3112 B, 3113 A-B, dan Butir 3114 A-C, 3500-Cr B*.

4.4 Persiapan ekstraksi contoh uji TPT

Contoh uji TPT diekstrak menggunakan larutan keringat asam buatan pH 5,5 sesuai dengan standar uji ISO 105-E04-1994.

- a) contoh uji TPT dipotong-potong kecil menggunakan gunting;
- b) timbang 1 g contoh TPT tersebut pada langkah 4.3.a) dan masukkan ke dalam gelas piala yang telah berisi 50 mL larutan keringat asam buatan pH 5,5. Dengan menggunakan batang pengaduk, pastikan contoh uji TPT seluruhnya terendam dalam larutan;
- c) gelas piala yang berisi rendaman contoh uji TPT diletakkan pada penangas air yang bersuhu $37^{\circ}C \pm 2^{\circ}C$. Gelas piala ditutup dengan kaca arloji dan dibiarkan selama 60 menit;
- d) lakukan pengadukan dengan batang pengaduk agar larutan keringat masuk ke dalam serat TPT dengan baik dan homogen;
- e) pisahkan air rendaman atau ekstrak dari contoh TPT dan masukkan ke dalam labu ukur 50,0 mL;
- f) bilas contoh TPT dengan beberapa mL larutan keringat asam pH 5,5, kemudian bilasannya digabungkan dengan ekstrak dalam labu ukur;
- g) tepatkan volume ekstrak hingga tanda batas labu ukur dengan air bebas mineral. Larutan/ekstrak siap untuk ditentukan kadar logamnya.

CATATAN 1 Apabila tidak segera dianalisis maka ekstrak contoh uji diawetkan dengan penambahan asam nitrat sampai pH lebih kecil 2 dan disimpan pada suhu $4^{\circ}C$ maksimum 6 bulan kecuali logam Hg maksimum 28 hari.

CATATAN 2 Untuk logam Cr-VI harus segera dianalisis atau maksimum penyimpanan 24 jam.

4.5 Penentuan kadar logam dalam ekstrak TPT

Ekstrak TPT yang telah dipersiapkan sesuai dengan butir 4.4 diuji masing-masing kadar logam kadmium (Cd), krom (Cr) total, kobal (Co), tembaga (Cu), timbal (Pb), nikel (Ni)

dengan menggunakan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) - tungku karbon, logam arsen (As) dengan menggunakan metode hidrida, logam merkuri (Hg) dengan menggunakan metode uap dingin (*cold vapour*) dan krom heksavalen (Cr-VI) dengan metode spektrofotometri yang mengacu pada *APHA-AWWA-WEF, Standard Methods For Examination of Water and Wastewater, 21st Edition, 2005, Butir 3112 B, 3113 A-B, Butir 3114 A-C dan 3500-Cr B*.

CATATAN Bila larutan hasil ekstrak berwarna dapat mengganggu pengukuran Cr-VI secara spektrofotometri, dapat digunakan metode pengukuran lain.

4.6 Perhitungan

$$\text{Kadar logam (mg/Kg contoh TPT)} = \frac{A \times B}{C \times 1000}$$

- A adalah volume ekstrak (mL);
 B adalah konsentrasi logam (µg/L);
 C adalah berat contoh TPT yang diekstraksi (g).

5 Pengendalian mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas p.a.
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
- Cuci semua peralatan gelas atau plastik dengan larutan pencuci asam nitrat, HNO₃ 5%.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Lakukan pengujian blanko untuk kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.
- Koefisien korelasi regresi linier (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
- Lakukan analisis blanko dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* (satu seri pengukuran) atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol kontaminasi.
- Lakukan analisis duplo dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* atau minimal 1 kali untuk jumlah contoh uji kurang dari 10 sebagai kontrol ketelitian analisis. Jika Perbedaan Persen Relatif (*Relative Percent Difference*, RPD) lebih besar dari 10%, maka dilakukan pengukuran selanjutnya hingga diperoleh nilai RPD kurang dari atau sama dengan 10%.

Persen RPD

$$\%RPD = \left| \frac{\text{hasil pengukuran} - \text{duplikat pengukuran}}{(\text{hasil pengukuran} + \text{duplikat pengukuran})/2} \right| \times 100\%$$

- Lakukan kontrol akurasi dengan spike matrize atau salah satu standar kerja dengan frekuensi 5% - 10% per *batch* atau minimal 1 kali untuk 1 *batch*. Kisaran persen temu balik adalah 85% - 115%.

Persen temu balik (% *recovery*, %R)

$$\%R = \left(\frac{A - B}{C} \right) \times 100\%$$

Keterangan:

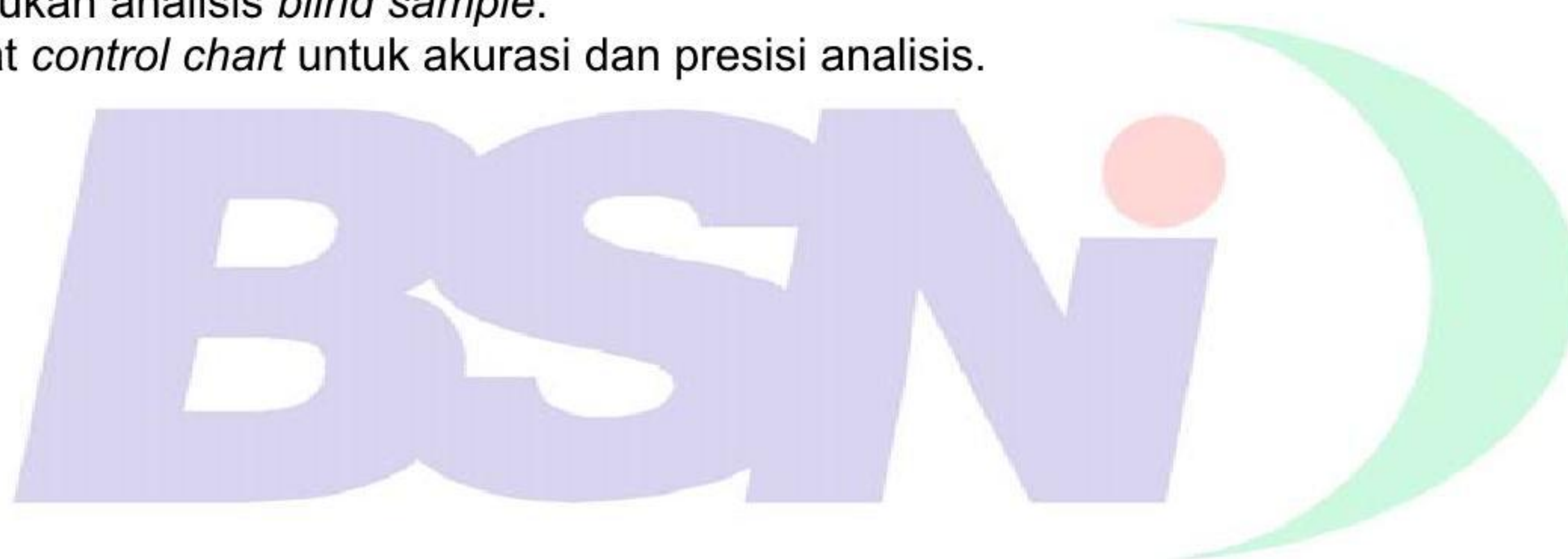
- A adalah kadar contoh uji yang diperkaya (*spike*), dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L);
- B adalah kadar contoh uji, dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L)
- C adalah kadar standar yang ditambahkan (*target value*), dinyatakan dalam milligram per liter (mg/L).

CATATAN 1 Volume spike matrix yang ditambahkan maksimal 5% dari volume contoh uji.

CATATAN 2 Hasil akhir kadar contoh uji yang diperkaya (*spike matrix*) berkisar 2 kali kadar contoh uji. Kadar contoh uji yang sudah diperkaya berada pada kisaran rentang pengukuran.

6 Rekomendasi

- a) Lakukan analisis *blind sample*.
- b) Buat *control chart* untuk akurasi dan presisi analisis.



Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi.
- 6) Nomor contoh uji.
- 7) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 8) Batas deteksi.
- 9) Rekaman hasil perhitungan.
- 10) Hasil pengukuran persen temu balik.
- 11) Kadar logam dalam contoh uji.









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id